# This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

# IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents will not correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

### (19)日本国特許庁 (JP) (12) 公開特許公報 (A)

FΙ

(11)特許出願公開番号

### 特開平5-40112

(43)公開日 平成5年(1993)2月19日

(51) Int.Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

技術表示箇所

G 0 1 N 30/02

B 8105-2J

審査請求 未請求 請求項の数1(全 4 頁)

(21)出願番号

特願平3-18102

(22)出願日

平成3年(1991)2月8日

(71)出願人 000003056

トキコ株式会社

神奈川県川崎市川崎区富士見1丁目6番3

(72)発明者 船橋 達也

神奈川県川崎市川崎区富士見1丁目6番3

号 トキコ株式会社内

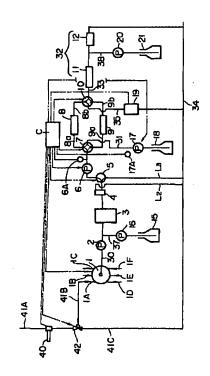
(74)代理人 弁理士 志賀 正武 (外2名)

(54) 【発明の名称】 試料液成分分析装置

#### (57)【要約】

【目的】 配管に導入される試料液の状態を監視し、成 分分析の精度を低下させる成分が混入することを防止し た試料液成分分析装置の提供を目的とする。

【構成】 自動流路切換弁1に試料液を供給する前の段 階において、水質監視センサ40を設けて試料液の水質 を監視するようにした。そして、この水質監視センサ4 0の出力に基づいて、試料液中に金属成分の分析に際し て適さない成分が混入しているか否かを監視し、金属成 分の分析に不適当な試料液であった場合にを該試料液を 外部の系に排出させるようにした。



20

7

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 試料液の成分を分析する試料液成分分析

分析すべき試料液を装置内に導入するための試料導入手 段の上流側流路に設けられて、前記試料液の状態を監視 する水質監視センサと、

前記水質監視センサと前記試料導入手段との間に設けら れて、前記水質監視センサを通過した試料液を、前記試 料導入手段に通じる流路、あるいは該試料液を排出する 流路のいずれか一方に切り換える切換弁と、

前記水質監視センサにより検出された試料液の状態を示 す数値データを、予め入力しておいた設定値と比較し、 その比較の結果、数値データが設定値を越えた場合に、 前記切換弁を、前記試料液を排出する側の流路に切り換 えるための制御信号を出力する制御部が設けられている ことを特徴とする試料液成分分析装置。

#### 【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】この発明は、例えばイオン交換分 離法を用いて、特に、超純水中の微量な金属成分を効率 良く分析したり、試料液中に含まれる様々な成分を分析 したりする試料液成分分析装置に関するものである。

[0002]

【従来の技術】図2は本発明者らが先に特願昭63-1 80529号で提案した金属成分分析装置である。図中 符号1は自動流路切換弁であって、この自動流路切換弁 1の出口には試料液供給路30が接続されている。前記 試料液供給路30には、送液ポンプ2、反応器3、オー パーフロー容器4、三方自動切換弁5、加圧ポンプ6、 圧力センサ 6 A が取り付けられている。そしてこの試料 液供給路30は最終的に第1の四方自動切替弁7に接続 されている。この第1の四方自動切替弁7には、第1の 濃縮カラム8への流入路8aと第2の濃縮カラム9への 流入路9aと、溶離液供給路31とが接続されている。 溶離液供給路31には、加圧ポンプ17と溶離液貯留部 18が設けられている。前記第1の濃縮カラム8からの 流出路8 bと第2の濃縮カラム9からの流出路9 bは第 2の四方自動切替弁10に接続されている。この第2の 四方自動切替弁10には、さらに分離カラム11と吸光 光度計12とからなる分析手段32につながるライン3 3と、排水路34につながるライン35とが接続されて おり、ライン35には流量計19が取り付けられてい る。つまり、前記第1の四方自動切替弁7は試料液供給 路30が流入路8a・9aに分岐される分岐部に設けら れ、第2の四方自動切替弁10は流出路8b・9bがラ イン33に合流した合流部(分岐部)に設けられ、前記 濃縮カラム8あるいは濃縮カラム9に対して、分析手段 32あるいはライン35に対して選択的に試料液、溶離 液を供給するものである。

【0003】次に、この金属成分分析装置の詳細な構成 50 縮カラム8あるいは9に吸着された金属イオンは、溶離

とその動作について説明する。前記自動流路切換弁1に は、6つの試料液流入路1A~1Fが接続されている。 そしてこれら試料液流入路1A~1Fの一つが試料液供 給路30に選択的に接続される。試料液供給路30に流 入した試料液は送液ポンプ2によって反応器3に送られ る。反応器3の上流側には、塩酸等の反応液が貯留され

た反応液貯留部15と送液ポンプ16とを備えた反応液 供給路37が接続されており、試料液中の金属をイオン 化するための反応液が試料液に添加される。そして、こ 10 の反応液が添加された試料液は反応器3中にて混合され た後、所定温度に加熱され、その結果、試料液中の金属 がイオン化される。この反応器3を通過した試料液はオ ーパーフロー容器4に一旦貯留されるとともに、一定の 貯留量を越えた試料液は符号L2 で示すラインを通じて 排水路34に排出される。オーパーフロー容器4を通過 した試料液は三方自動切替弁5に達する。三方自動切換 弁5は、試料液供給路30を流れる試料液の一部を、符 号L3 で示すラインを通じて排水路34に導くものであ る。すなわち前記自動流路切換弁1が切り換えられて別 の試料液が供給された場合に、まず、ラインL3 側に流 路を切り換えて、自動流路切換弁1と三方自動切替弁5 との間に残留していた先の試料液を完全に洗い流す。そ してこの後流路を切り換えて試料液を試料液供給路30 (の加圧ポンプ6側) に向けて流す。なお、前記自動流 路切換弁1による試料液流入路1A~1Fの選択、及び

三方自動切替弁5の切替は制御部Cから出力される信号

に基づき行われるようになっている。

【0004】三方自動切替弁5を通過した試料液は加圧 ポンプ6により加圧される。なお、この加圧ポンプ6に よって試料液が所定圧以上に加圧された場合には、圧力 センサ6Aから、制御部Cに対して加圧ポンプ6の動作 を停止させるための検出信号を出力するようになってい る。加圧ポンプ6により加圧された試料液は第1の四方 自動切替弁7によって第1の濃縮カラム8あるいは第2 の濃縮カラム9に供給される。この第1の四方自動切替 弁7と第2の四方自動切替弁10とは、試料液供給路3 0から供給される試料液を濃縮カラム8あるいは9を通 過せしめたあとライン35を経て排水路34に導く金属 イオン濃縮工程の流路と、溶離液供給路31から供給さ れる溶離液を濃縮カラム9あるいは8を通過せしめたあ と分析手段32に導く金属イオン溶雕工程の流路とを、 **濃縮カラム8、9に対して交互に形成するものである。** この四方自動切替弁7,10の切り換えは、流量計19 で測定したライン35を通過する試料液の流量値が設定 の値になったときに制御部Cから発信される信号によっ て行なわれる。

【0005】また、試料液が濃縮カラム8あるいは9を 通過すると試料液中の金属イオンが濃縮カラム8あるい は9に吸着される(前記金属イオン濃縮工程)。この濃 3

被供給路31から供給される溶離液により濃縮カラム8,9から溶離されて分析手段32に運ばれる(前配金属イオン溶離工程)。なお、この加圧ポンプ17によって溶離液が所定圧以上に加圧された場合には、圧力センサ17Aから制御部Cに対して加圧ポンプ17の動作を停止させるための検出信号を出力するようになっている。また、分析手段32に運ばれた金属イオンは、分離カラム11で精製されたあと発色液供給路38からの発色液により発色され、吸光光度計12で濃度測定される。なお、前記発色液は符号20で示す送液ポンプにより発色液貯留部21から発色液供給路38に供給される。

#### [0006]

【発明が解決しようとする課題】ところで、上記のように構成された金属成分分析装置では、自動流路切換弁1を通じて導入される試料液中に、本来の測定対象となる成分以外の成分が混入していた場合、例えば径の大きい粒子、強いアルカリ性を呈する成分が含有されていた場合に、装置の配管が詰まったり、配管が腐食することがあり、これによって試料液の金属成分分析の精度が低下するという不具合があった。この発明は、上記の事情に鑑みてなされたものであって、配管に導入される試料液の状態を監視し、金属成分分析の精度を低下させる成分が混入することを防止した試料液成分分析装置の提供を目的とする。

#### [0007]

【課題を解決するための手段】本発明は、試料液中に含有される金属成分をイオン化してpH調整をした後、前記金属成分をカラム精製により抽出してその濃度を測定する試料液成分分析装置において、前記試料液を装置内 30 に導入するための試料導入手段の上流側流路に設けられて、前記試料液の状態を監視する水質監視センサと、前記水質監視センサと前記試料導入手段との間に設けられて、前記水質監視センサを通過した試料液を、前記試料導入手段に通じる流路、あるいは該試料液を排出する流路のいずれか一方に切り換える切換弁と、前記水質監視センサにより検出された試料液の状態を示す数値データを、予め入力しておいた設定値と比較し、その比較の結果、数値データが設定値を越えた場合に、前記切換弁を、前記試料液を排出する側の流路に切り換えるための 40 制御信号を出力する制御部とを設けるようにしている。

#### [0008]

【作用】本発明に示す試料液成分分析装置においては、 試料液導入手段に試料液を供給する前の段階において、 水質監視センサにより、試料液中に金属成分の分析に際 して適さない成分、例えば配管を詰まらせる成分、該配 管を腐食させる成分が混入しているか否かを監視し、こ の水質監視センサの監視結果に基づき切換弁が操作され る。すなわち、前記切換弁の操作により、金属成分の分 板に不適当な試料液を該試料液を提出する側の流路に宏 内して外部の系に排出させることができる。 【0009】

【実施例】以下、本発明の試料液成分分析装置の一例と して挙げた金属成分分析装置の構成を図1を参照して説 明する。なお、本実施例において、従来の技術で示した 図2と構成を共通にする箇所に同一符号を付して説明を 簡略化する。まず、図1において符号40で示すものは 流路41Aの途中に設けられた水質監視センサである。 この水質監視センサ40としては、例えば(1)試料液 中に含有される粒子の粒径を測定するもの、(2)一定 径以上の粒子が含まれる割合すなわち不純物粒子の濃度 を測定するもの、(3)試料液のpHを測定するものが 使用され、その検出値(粒径、濃度、pH値)が予め設 定されたしきい値を越えた場合に異常とみなすようにし ている。なお、このような検出値が予め設定したしきい 値を越えたか否かの判断は後述する制御部Cにより行 う。また、前記(2)の水質監視センサ40による濃度 測定は、一定径以上の粒子の個数をカウントすることに より行われるほか、試料液の導電率に基づいても行われ る。また、前記水質監視センサ40が設けられた流路4 1 Aの末端には三方流路切換弁42が設けられ、この三 方流路切換弁42から二つに分かれた流路の内、流路4 1 Bは自動流路切換弁1の試料流入路1A~1Fの一つ に接続され、また流路41Cは排水路34に接続される ようになっている。なお、本実施例では、流路41Bが 接続される試料流入路を1Aとしたが、これに限定され ず、1B~1Fの試料流入路であっても良い。

【0010】そして、以上のように構成された金属成分 分析装置では、水質監視センサ40において検出された 検出値が制御部Cに供給され、この制御部Cにおいて、 前記検出値が予め設定された設定値(制御部Cに設定さ れる)を越えた場合に、流路41Aを通じて供給された 試料液が金属成分の分析に適さないものであると判断し て、以下のような操作を行うようにする。すなわち、前 記制御部Cは、前記検出値が予め設定された設定値を越 えたと判断した場合に、流路41Aを通じて供給された 試料液が金属成分の分析に適さないものであると判定し て、前記三方流路切換弁42に対し、流路41Aと流路 41 Cとを接続する制御信号を供給して、流路41 Aを 通じて供給された試料液を排水路34に供給する。一 方、前記制御部Cは、前記検出値が予め設定された設定 値未満であると判断した場合に、流路41Aを通じて供。 給された試料液が金属成分の分析に適するものであると 判定して、前記三方流路切換弁42に対し、流路41A と流路41Bとを接続する制御信号を供給して、流路4 1 Aを通じて供給された試料液を自動流路切換弁1の試 料流入路1Aに供給する。

の水質監視センサの監視結果に基づき切換弁が操作され 【0011】以上説明したような金属成分分析装置におる。すなわち、前記切換弁の操作により、金属成分の分 いては、自動流路切換弁1に試料液を供給する以前の段析に不適当な試料液を該試料液を排出する側の流路に案 50 階において、該試料液中に金属成分の分析に際して適さ

ない成分、すなわち配管を詰まらせる成分、該配管を腐 食させる成分が混入している場合に、該試料液を自動流 路切換弁1に送らず外部の系に排出するようにしたの で、結果として装置を保護することができるとともに、 金属成分分析の精度が低下することを防止できるという 効果が得られる。なお、本実施例では、水質監視センサ 40の後段に金属成分分析装置を設けるようにしたが、 水質監視センサ40の後段に設けるものは、金属成分分 析装置に限定されるものではなく、炭素量を分析する炭 素量測定装置や、他の成分の含有量(濃度)を測定する 10 た金属成分分析装置を示す概略構成図。 装置であっても良いことは言うまでもない。

#### [0012]

【発明の効果】以上の説明から明らかなように、本発明 に示す試料液成分分析装置においては、試料液導入手段 に試料液を供給する前の段階において、水質監視センサ により、試料液中に金属成分の分析に際して適さない成 分が混入しているか否かを監視し、この水質監視センサ の監視結果に基づき切換弁を操作するようにした。すな わち、前記切換弁の操作により、金属成分の分析に不適

当な試料液を該試料液を排出する側の流路に案内して外 部の系に排出させることができ、これによって装置を保 護することができ。そして、このような本発明を金属成 分分析装置に適用した場合には、上述したように、金属 成分の分析に不適当な試料液を外部の系に排出させるこ とができることから、金属成分分析の精度が低下するこ とを防止できるという効果が得られるものである。

#### 【図面の簡単な説明】

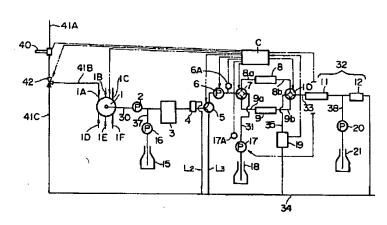
【図1】本発明の試料液成分分析装置の一例として挙げ

【図2】従来の金属(試料液)成分分析装置を示す概略 構成図。

#### 【符号の説明】

- 1 自動流路切換弁(試料導入手段)
- 40 水質監視センサ
- 41A 流路
- 41B 流路(試料液導入手段に通じる流路)
- 41C 流路(試料液を排出する流路)
- 42 三方流路切換弁(切換弁)

【図1】



[図2]

